

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A)

昭63-84641

58

⑤Int.Cl.

B 01 J 39/16
C 08 F 8/36
// G 01 N 30/48

識別記号

MHR

府内整理番号

8017-4G
7167-4J
F-7621-2G

⑪公開 昭和63年(1988)4月15日

審査請求 未請求 発明の数 3 (全 8 頁)

⑫発明の名称 強酸性陽イオン交換樹脂及びその製造方法

⑬特 願 昭61-228074

⑭出 願 昭61(1986)9月29日

⑮発明者 石 黒 進 東京都大田区多摩川2-24-25 昭和電工株式会社総合技術研究所内

⑯発明者 太 田 浩 子 東京都大田区多摩川2-24-25 昭和電工株式会社総合技術研究所内

⑰発明者 森 口 征 矢 生 東京都大田区多摩川2-24-25 昭和電工株式会社総合技術研究所内

⑲出願人 昭和電工株式会社 東京都港区芝大門二丁目10番12号

⑳代理人 弁理士 菊地 精一

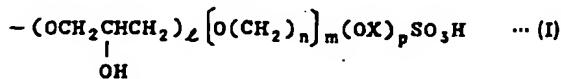
明細書

1. 発明の名称

強酸性陽イオン交換樹脂及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) (A) グリシジルモノビニルエステルまたはグリシジルモノビニルエーテル及び(B) 多価アルコールのポリビニルエステルを主成分とし、前記(A)成分が(B)成分で架橋されたゲル状共重合体の前記(A)成分に基づくグリシジル基に、一般式(I)

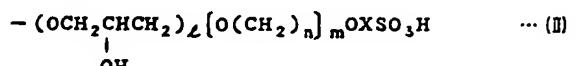


(式中、Xは2-ヒドロキシプロピレン基、プロピレン基またはブチレン基を表わす。μは0、1または2を表わし、mは0または1から15迄の整数を表わし、nは2から4の整数を表わし、pは0または1を表わし、pが0のときμ及びmは0であり、Xが2-ヒドロキシプロピレン基のときはμが0のときmは0であり、μが1のときmは0でなく、Xがプロピレン基ま

たはブチレン基のときはμは0または1であり、μが1のときmは0である。)

で表わされる原子団が結合されている多孔性の共重合体から成ることを特徴とする強酸性陽イオン交換樹脂。

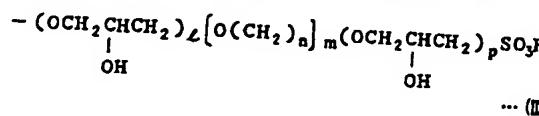
(2) (W) グリシジルモノビニルエステルまたはグリシジルモノビニルエーテル及び(W) 多価アルコールのポリビニルエステルを主成分とし、前記(W)成分が(B)成分で架橋されたゲル状共重合体の前記(W)成分に基づくグリシジル基が水、グリセリンまたはポリアルキレングリコールにより閉環変性されて生成する水酸基に、プロパンスルトンまたは、1,4-ブタンスルトンを作用させて、前記水酸基に一般式(II)



(式中、Xはプロピレン基またはブチレン基を表わし、μは0または1を表わし、mは0または1から15迄の整数を表わし、nは2から4までの整数を表わし、μが1のときmは0である。)

て表わされる原子団を結合させ、多孔性の共重合体を得ることを特徴とする強酸性陽イオン交換樹脂の製造方法。

(3) (A) クリシジルモノビニルエステルまたはクリシジルモノビニルエーテル及び(B) 多価アルコールのポリビニルエステルを主成分とし、前記(A)成分が(B)成分で架橋されたゲル状共重合体の前記(A)成分に基づくクリシジル基に、または該クリシジル基が水またはクリセリンで開環変性されて生成する水酸基にエピハロヒドリン、エチレングリコールジクリシジルエーテル、プロピレングリコールジクリシジルエーテル、1,3-プロパンジオールジクリシジルエーテル、1,4-ブタンジオールジクリシジルエーテルまたはポリエチレングリコールジクランジルエーテルを結合させて得られる変性ゲル状共重合体のクリシジル基に、亜硫酸化合物を作用させて、前記クリシジル基に一般式(IV)



は、生体成分の分離や分析を目的とした液体クロマトグラフィー用の充てん剤として用いられている。しかし、これらのイオン交換体は、いずれも堅度が極めて高く、機械的強度が小さいため、高速液体クロマトグラフィー用充てん剤のような粒子径の小さい充てん剤を用いる用途には使用することができないという欠点を有する。

また、アクリル酸またはメタクリル酸とジビニルベンゼン共重合体のイオン交換体も知られている。しかしながら、この共重合体は、骨格のメタクリル酸やジビニルベンゼンの親水性により、生体成分の親水性吸着が起る場合があり、好ましくない。

さらに、シリカゲルの表面にイオン交換基を結合したイオン交換体も公知である。しかしながら、シリカゲルは弱アルカリ性の条件下で溶解するという欠点がある。

[発明が解決しようとする問題点]

本発明の目的は、前記従来のイオン交換体の欠点を克服して、機械的強度が大きく、化学的安定

特開昭63-84641(2)

(式中、 ℓ は0、1または2を表わし、 m は0または1から15迄の整数を表わし、 n は2から4までの整数を表わし、 p は0または1を表わし、 p が0のとき ℓ 及び m は0であり、 ℓ が0のとき m は0であり、 ℓ が1のとき m は0でない。)で表わされる原子団を結合させ、多孔性共重合体を得ることを特徴とする強酸性陽イオン交換樹脂の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、機械的強度及び化学的安定性にすぐれ、使用時ににおける体積変化の小さい、例えば水溶媒系の高速液体クロマトグラフィー用充てん剤として好適を親水性の強酸性陽イオン交換樹脂及びその製造方法に関する。

[従来の技術]

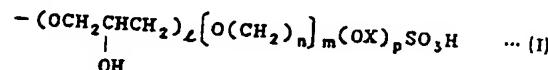
最近、たん白質や酵素などのイオン交換クロマトグラフィーによる分離が盛んに行われるようになった。例えば架橋デキストランや架橋アガロースにスルホン基を導入した強酸性陽イオン交換体

性にすぐれ、かつ膨潤度の小さい親水性の強酸性陽イオン交換樹脂及びその製造方法を提供するにある。

[問題点を解決するための手段]

本発明に従えば、上記目的を充足する親水性の強酸性陽イオン交換樹脂及びその製造方法が提供される。

即ち、本発明は、(A) クリシジルモノビニルエステルまたはクリシジルモノビニルエーテル及び(B) 多価アルコールのポリビニルエステルを主成分とし、前記(A)成分が(B)成分で架橋されたゲル状共重合体(以下、本発明に係るゲル状共重合体といふ)の前記(A)成分に基づくクリシジル基に、一般式(I)



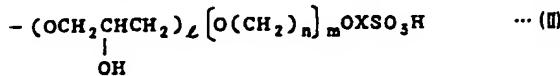
(式中、Xは2-ヒドロキシプロピレン基、プロピレン基またはブチレン基を表わす。 ℓ は0、1または2を表わし、 m は0または1から15迄の整数を表わし、 n は2から4の整数を表わし、 p

特開昭63-84641(3)

は0または1を表わし、 μ が0のとき ν 及び m は0であり、Xが2-ヒドロキシプロピレン基のときは μ が0のとき m は0であり、 μ が1のとき m は0でなく、Xがプロピレン基またはブチレン基のときは μ は0または1であり、 μ が1のとき m は0である。)

で表わされる原子団が結合されている多孔性の共重合体から成ることを特徴とする強酸性陽イオン交換樹脂に関する。

また、本発明は、本発明に係るゲル状共重合体の前記グリシジル基が水、グリセリンまたはポリアルキレンクリールにより開環変性されて生成する水酸基に、プロパンスルトンまたは1,4-ブタンスルトンを作用させ、前記水酸基に一般式(Ⅲ)



(式中、Xはプロピレン基またはブチレン基を表わし、 μ は0または1を表わし、 m は0または1から15迄の整数を表わし、nは2から4迄の整

μ が0のとき ν 及び m は0であり、 μ が1のとき、 n は0であり、 μ が1のとき m は0でない。)で表わされる原子団を結合させ、多孔性の共重合体を得ることを特徴とする強酸性陽イオン交換樹脂の製造方法に関する。

以下、本発明の親水性の強酸性陽イオン交換樹脂及びその製造方法について説明する。

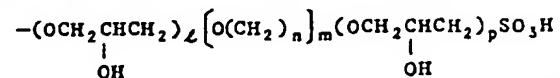
本発明に係るゲル状共重合体は、特開昭53-1087条公報に記載されているように、例えば(A)グリシジルモノビニルエステルまたはグリシジルモノビニルエーテルと架橋剤としての(B)多価アルコールのポリビニルエステルとを希釈剤の存在下で水性懸濁重合することにより合成することができます。

(A)成分のグリシジルモノビニルエステルとしては、グリシジルアクリレート、グリシジルメタクリレート等が用いられる。また、(A)成分のグリシジルモノビニルエーテルとしては、アリルグリシジルエーテル、メタアリルグリシジルエーテル等が用いられる。

一方、架橋剤としての(B)成分の多価アルコール

を表わし、 μ が1のとき m は0である。)で表わされる原子団を結合させ、多孔性の共重合体を得ることを特徴とする強酸性陽イオン交換樹脂の製造方法に関する。

さらに、本発明は、本発明に係るゲル状共重合体の前記グリシジル基に、または該グリシジル基が水またはグリセリンで開環変性されて生成する水酸基にエピハロヒドリン、エチレンクリールジグリシジルエーテル、プロピレンクリールジグリシジルエーテル、1,3-プロパンジオールジグリシジルエーテル、1,4-ブタンジオールジグリシジルエーテルまたはポリエチレンクリールジグリシジルエーテルを結合させて得られる変性ゲル状共重合体のグリシジル基に亜硫酸化合物を作用させて前記グリシジル基に一般式(IV)



(式中、 μ は0、1または2を表わし、 m は0または1から15迄の整数を表わし、 n は2から4までの整数を表わし、 p は0または1を表わし、

のポリビニルエステルとしては、エチレンクリールジアクリレート、エチレンクリールジメタクリレート、プロピレンクリールジアクリレート、プロピレンクリールジメタクリレート、グリセリンジアクリレート、グリセリンジメタクリレート、グリセリントリアクリレート、グリセリントリメタクリレート、ペンタエリスリトールジアクリレート、ペンタエリスリトールジメタクリレート、ペンタエリスリトールトリメタアクリレート、ソルビトールジメタクリレート、ソルビトールトリメタクリレートをあげることができる。

なお、本発明においては、(A)成分を主成分とし、これと共重合し得る他の単量体を適宜併用することは何ら差し支えない。

(B)成分の多価アルコールのポリビニルエステルは、全重合性単量体の5~90モル%の範囲内、好ましくは10~60モル%の範囲内になるよう使用される。

重合の際に用いられる希釈剤としては、(A)成分及び(B)成分の溶媒で、かつ重合反応に不活性なも

のを用いる。また、希釈剤は、重合分散媒である水に不溶ないしは難溶性であることが必要である。このような希釈剤としては、クロルベンゼン、ジクロルメタン、ジクロルエタン、トリクロルエタン等のハロゲン化炭化水素；酢酸エチル、酢酸プロピル、酢酸ブチル、酢酸アミル等の脂肪族または芳香族のエステル；ブチルアルコール、アミルアルコール、オクチルアルコール、ラクリルアルコール、シクロヘキサンノール等のアルコール類があげられる。

希釈剤の使用量は、用いられる(A)成分及び(B)成分の合計量100重量部に対して20～200重量部の範囲で用いられる。希釈剤の使用量が20重量部より少ないと、得られる本発明に係るゲル状共重合体の孔量が少くなり、分離性能が低下し、200重量部より多すぎると本発明に係るゲル状共重合体の機械的強度が不足する。

重合に際して用いられる開始剤は、通常の懸濁重合に用いられる一般的なラジカル重合開始剤でよく、例えば2,2'-アゾビスイソブチロニトリル、

る。

本発明に係るゲル状共重合体のクリシジル基に、前記一般式(I)で表わされる原子団を結合させる方法としては、(i)本発明に係るゲル状共重合の(A)成分に基づくクリシジル基を水、グリセリンまたはポリエチレングリコールにより開環変性し、生成した水酸基にスルホアルキル基を結合させる方法、(ii)本発明に係るゲル状共重合体の(A)成分に基づくクリシジル基にスルホン基を結合させる方法、(iv)本発明に係る変性ゲル状共重合体のクリシジル基にスルホン基を結合させる方法があげられる。

(i)の方法において、水による開環変性は、硫酸または塩酸を触媒として、水中で本発明に係るゲル状共重合体を70℃～100℃で2～10時間加熱することにより行われる。触媒として使用する酸の濃度は0.05～1規定が好ましい。

グリセリンまたはポリエチレングリコールによる開環変性は、グリセリンまたはポリエチレングリコール中、またはグリセリンまたはポリエチレングリコールを含む有機溶媒中で、本発明に係る

特開昭63-84641(4)

2,2'-アゾビス-(2,4-ジメチルパレノニトリル)等のアゾ系の開始剤や過酸化ベンゾイル、過酸化ラクロイル等の過酸化物系の開始剤を用いることができる。

懸濁重合を行うに際しては、水相にポリビニルアルコール、カルボキシメチルセルロース、セラチン等の分散安定剤を加えておくことが好ましく、また(A)成分及び(B)成分等の重合性単量体が重合分散媒の水へ溶解するのを防止するため、水に塩化ナトリウム、硫酸ナトリウム、塩化カルシウム等の塩類を溶解させておいてもよい。

水層の量は、有機層の量とほぼ同容量以上から約10倍容量までの量が使用される。

重合反応は、通常50～90℃で3～15時間行なわれる。重合終了後共重合体は、漂過、水洗し、さらに有機溶媒で洗浄する。

このようにして得られた本発明に係るゲル状共重合体粒子は、多孔性であって、1000～20000の平均細孔径を有し、また平均粒子径は数ミクロンから100ミクロンの球状の粒子であ

ゲル状共重合体を常法により三フッ化ホウ素エーテラートを触媒として、40～80℃で1～5時間加熱することにより行われる。

スルホアルキル基の導入は、開環変性したゲル状共重合体を有機溶媒中でアルカリ金属の水酸化物を触媒としてプロパンスルトン、または1,4-ブタンスルトンと反応させることにより行う。反応温度及び反応時間は、通常は常温～100℃で2～24時間である。

また、(iv)の方法におけるスルホン基の導入は、本発明に係るゲル状共重合体のクリシジル基に亞硫酸化合物を水溶液中で作用させることにより行われる。

さらに、(iv)の方法におけるスルホン基の導入は、本発明に係る変性ゲル状共重合体のクリシジル基に亞硫酸化合物を水溶液中で作用させることにより行われる。

(iv)の方法において、変性ゲル状共重合体は、本発明に係るゲル状共重合体を水またはグリセリンで開環変性し、次いで開環変性されて生成した水

特開昭63-84641(5)

酸基にエピハロヒドリン、エチレングリコールジグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、1,3-プロパンジオールジグリシジルエーテル、1,4-ブタンジオールジグリシジルエーテル、またはポリエチレングリコールジグリシジルエーテルのグリシジル基を有する化合物を結合させることによって合成することができる。本発明に係るゲル状共重合体のグリシジル基の水またはグリセリンによる開環変性は、前記H)の場合と同様に行われる。開環変性したゲル状共重合体に上記グリシジル基を有する化合物を導入する方法としては、種々の方法を採用することができるが、以下に代表的な2つの方法を示す。

第1の方法は、開環変性されたゲル状共重合体に、水酸化ナトリウムまたは炭酸カリウム等の無機塩基の水溶液中でエピクロルヒドリンやエピブロモヒドリン等のエピハロヒドリンを反応させる。反応温度は常温～80℃、反応時間は1～8時間である。

第2の方法は、開環変性されたゲル状共重合体

反応時間は2時間～24時間である。

[発明の効果]

本発明により得られた親水性の強酸性陽イオン交換樹脂は、従来のイオン交換体に比較して以下のようない利点を有している。

1) 機械的強度が大きく、例えば高速液体クロマトグラフィー用充てん剤として使用した場合、溶離液を高速で送液することができ、迅速分析が可能となる。

2) 架橋度が高いため、膨潤度が小さく、高い塩濃度で使用可能である。

3) 広いpH範囲で安定であり、例えばシリカゲルを担体とする充てん剤では適用できないアルカリ条件下でも安定に使用できる。

4) 樹脂表面が親水性の水酸基やエーテル基で覆われているため、十分な親水性を有し、生体成分等を分離する場合、疎水的吸着が少い。

[実施例]

以下、実施例をあげて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以

て、水素化ホウ素ナトリウムを含む水酸化ナトリウムまたは炭酸カリウムの無機塩水溶液中で、エチレングリコールジグリシジルエーテル、プロピレングリコールジグリシジルエーテル、1,3-プロパンジオールジグリシジルエーテル、1,4-ブタンジオールジグリシジルエーテル、またはポリエチレングリコールジグリシジルエーテルを反応させるなどして行う。用いられるポリエチレングリコールジグリシジルエーテルは、ポリエチレングリコールジグリシジルエーテルの繰返し単位-C₂H₄O-の繰返し数が1～10のものを用いるのが好ましい。

アルカリ水溶液の濃度は、通常1～10規定であることが好ましい。反応温度は常温～100℃、反応時間は1～24時間である。

両の方法及びけの方法で使用される亜硫酸化合物としては、亜硫酸ナトリウム、亜硫酸水素ナトリウム、亜硫酸カリウム、亜硫酸アンモニウムなどがある。亜硫酸化合物の濃度は、1モル～5モル/8が好ましい。反応温度は、常温～100℃、

下の実施例に限定されるものではない。

実施例1

(1) グリシジル基を有するゲル状共重合体粒子の製造

グリシジルメタクリレート500g、エチレングリコールジメタクリレート200g、n-ドテカノール150g、クロルベンゼン800g及びアゾビスイソブチロニトリル10gの混合物を、15gのポリビニルアルコールを溶解した6gの水溶液中に加え、高速で攪拌しながら60℃にて8時間懸濁重合を行った。反応物を冷却した後、生成した共重合体粒子を滤取し、水洗した。次いで、この共重合体ケーキを4lのトルエンの中に入れ、室温で2時間攪拌した後滤過した。さらにこの共重合体ケーキを4lの変性アルコールに投入し、1時間攪拌した。この共重合体を滤過した後、変性アルコール2lで洗净し、80℃にて8時間乾燥した。以上の操作を経た共重合体粒子を分级して、10～15ミクロンの粒子径のグリシジル基を有するゲル状共重合体210gを得た。

(2) 水による開環

(1) 得られたゲル状共重合体粒子 10 g を、0.5 満定の硫酸水溶液 100 ml によく分散させ、搅拌しながら 90 °C にて 4 時間保持した。冷却後反応物を濾取し、水洗した。この反応物ケーキ中には遊離のエポキシ基は見出されなかった。

(3) スルホプロピル基の導入

(2) 得られた開環変性されたゲル状共重合体粒子を乾燥した後、共重合体粒子 10 g をとり、ジメチルスルホキサイド 100 ml、プロパンスルトン 1.5 g、20% 水酸化ナトリウム 5 ml を加え、30 °C で 7 時間反応させた。反応終了後、粒子を水洗した。得られた粒子のイオン交換容量を中和滴定法により測定したところ、0.63 ミリモル/g-drygel のスルホプロピル基の存在が認められた。

実施例 2

(4) クリセリンによる開環

(1) 得られたゲル状共重合体粒子 10 g をジオキサン 50 ml 及びクリセリン 50 ml の混合溶液中に分散させて、三フッ化ホウ素エーテラート 0.5 ml を加えて、70 °C にて 4 時間搅拌してクリシジル基へのポリエレングリコールの付加反応を行った。

得られた共重合体粒子をアセトン及び水でよく洗浄し、30 g の共重合体ケーキを得た。

(7) スルホプロピル基の導入

(6) により得られた共重合体ケーキを乾燥した後、共重合体粒子 10 g をとり、(3)とまったく同様な方法でスルホプロピル基の導入を行ったその結果、0.45 ミリモル/g-drygel のイオン交換容量をもつイオン交換樹脂が得られた。

実施例 4

(8) エピクロルヒドリンによるクリシジル基の導入

(2) 得られた開環変性したゲル状共重合体粒子のケーキ 30 g に 2 満定の水酸化ナトリウム 60 ml とエピクロルヒドリン 20 ml を加え、50 °C にて 2 時間搅拌した。反応物を水及びアセトンで洗浄後、室温で乾燥した。この共重合体の一部をとり、1.3 モルのチオ硫酸ナトリウムと反応させ、生成した OH⁻ を滴定し、クリシジル基の定量を行った(ジー、ボラス、ジャーナル・オブ・クロマトグラフィー第 90 卷、87 ~ 98 頁、1974)

特開昭 63-84641 (6)

を加えて 70 °C にて、4 時間搅拌してクリシジル基へのクリセリンの付加反応を行った。得られた共重合粒子をアセトン及び水でよく洗浄し、30 g の共重合体ケーキを得た。共重合体ケーキ中には、遊離のエポキシ基は見出されなかった。

(5) スルホプロピル基の導入

(4) により得られた開環変性されたゲル状共重合体粒子を乾燥した後、共重合体粒子 10 g をとり、(3)とまったく同様な方法でスルホプロピル基の導入を行った。その結果、0.53 ミリモル/g-drygel のイオン交換容量をもつイオン交換樹脂が得られた。

実施例 3

(6) ポリエレングリコールによる開環

(1) 得られたゲル状共重合体粒子 10 g をジオキサン 50 ml 及びポリエレングリコール 200 (平均分子量 200) 50 ml の混合溶液中に分散させて、三フッ化ホウ素エーテラート 0.5 ml を加えて、70 °C にて 4 時間搅拌してクリシジル基へのポリエレングリコールの付加反応を行った。

年に記載されている方法に準拠)。

その結果、0.51 ミリモル/g-drygel のクリシジル基の存在が認められた。

(9) スルホン基の導入

(8) 得られた変性ゲル状共重合体 10 g に 25% 亜硫酸ナトリウム水溶液 60 ml を加え、70 °C で 8 時間搅拌した。次に、得られた反応物を水洗した。反応物を 1 部とり、中和滴定により、スルホン基の定量を行った。その結果、0.35 ミリモル/g-drygel のスルホン基が認められた。

実施例 5

(1) 1,4-ブタンジオールジクリシジルエーテルによるクリシジル基の導入

(2) 得られた開環変性した共重合体粒子のケーキ 30 g に 1 满定水酸化ナトリウム 30 ml、水素化ホウ素ナトリウム 60 ml 及び 1,4-ブタンジオールジクリシジルエーテル 30 ml を加え、搅拌しながら 30 °C で 5 時間保持した。反応物を沪取し、アセトン洗浄、水洗さらにアセトン洗浄し、室温で乾燥した。

特開昭63-84641(7)

(3)と同様な方法で反応物中のグリシジル基を定量したところ、0.30ミリモル/g-drygelのグリシジル基が認められた。

4) スルホン基の導入

如で得られた変性ゲル状共重合体粒子10gに(9)とまったく同様な方法でスルホン基の導入を行った。0.25ミリモル/g-drygelのイオン交換容量を有するイオン交換樹脂が得られた。

応用例1

^[3] 実施例1-(3)で得られた陽イオン交換樹脂をステンレスカラム(内径8mm×長さ75mm)に充てんし、溶離液(A)に20ミリモルリン酸緩衝液(pH7.0)、溶離液(B)に20ミリモルリン酸緩衝液+0.5モル塩化ナトリウム(pH7.0)を用い、流速0.5ml/minで溶離液(A)から溶離液(B)に40分間のリニアグラジェントを行い、①ミオグロビン、②トリプシンーゲン、③リボヌクレアーゼ-A、④α-キモトリプシンーゲン-A、⑤チトクロームC、⑥リゾチームの混合物を分析したところ、第1図に示すように6つのたんぱく質を分離することができた。

イオン交換容量の変化は認められなかった。これらのことから、本発明の陽イオン交換樹脂はアルカリ溶液中でもきわめて安定であることがわかる。

応用例2

実施例5-4)で得られた陽イオン交換樹脂をステンレスカラム(内径8mm×長さ75mm)に充てんし、応用例1と同様の分析条件で①ミオグロビン、②リボヌクレアーゼ-A、③α-キモトリプシンーゲン-A、④チトクロームC、⑤リゾチームの混合物を分析したところ、第2図に示すように5つのタンパク質を分離することができた。

4. 図面の簡単な説明

第1図は、実施例1-(3)で得られた本発明の陽イオン交換樹脂を用いて、たんぱく質混合物のイオン交換クロマトグラフィーを行ったとき得られたクロマトグラムである。

図中①はミオグロビン、②はトリプシンーゲン、③はリボヌクレアーゼ-A、④はα-キモトリプシンーゲン-A、⑤はチトクロームC、⑥はリゾチームの各ピークを示す。

比較例として、実施例1-(2)で得られた並合後水による開環のみを行った陽イオン交換基を保有しない共重合体を同様にステンレスカラムに充てんして、上記と同じ条件で①ミオグロビン、②トリプシンーゲン、③リボヌクレアーゼ-A、④α-キモトリプシンーゲン-A、⑤チトクロームC、⑥リゾチームの混合物の分析を行ったが6つの成分はほとんど同時に流出し、分離できなかつた。

さらに、実施例1-(3)で得られたイオン交換樹脂を充てんしたカラムに1規定の食塩水溶液を1ml/minの流速で20時間送った。この場合、カラム圧は10kg/cm²であり、送液中のカラム圧の上昇は見られなかつた。また、このカラムの上部を開けたところ、収穫によるスキマは見られなかつた。

次いで、実施例1-(3)で得られたイオン交換樹脂5gを0.01規定の水酸化ナトリウム水溶液100ml中に入れ、室温で50時間放置した後、イオン交換容量を測定した結果、0.64meq/gであり、水酸化ナトリウム水溶液に浸ける前の1

第2図は、実施例5-4)で得られた本発明の陽イオン交換樹脂を用いて、たんぱく質混合物のイオン交換クロマトグラフィーを行ったとき得られたクロマトグラムである。

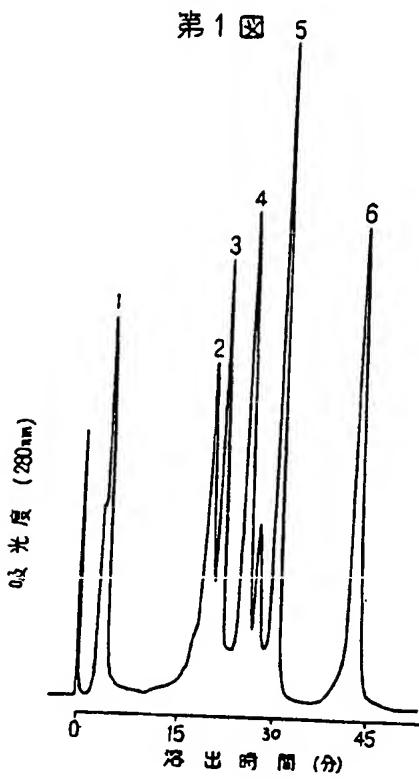
図中①はミオグロビン、②はリボヌクレアーゼ-A、③はα-キモトリプシンーゲン-A、④はチトクロームC、⑤はリゾチームの各ピークを示す。

特許出願人 昭和電工株式会社

代理人 弁理士 菊地精一

特開昭63-84641(8)

第1図



第2図

